

⑤ Int. Cl. 5
C 08 F 20/18
2/50

識別記号 序内整理番号
MLY 7242-4 J
MDN 8215-4 J

④③公開 平成4年(1992)1月16日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 9 頁)

⑤発明の名称 光重合性組成物

㉑特願 平2-113034
㉒出願 平2(1990)4月27日

⑦発明者 上田倫久 埼玉県蓮田市大字黒浜3535番地
⑦発明者 中寿賀章 埼玉県大宮市丸ヶ崎町48番地の9
⑦出願人 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

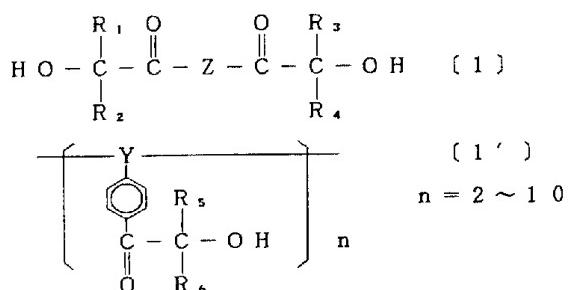
明 細 書

1. 発明の名称

光重合性組成物

2. 特許請求の範囲

(1) アクリル系モノマーを主成分とするビニル系モノマーと光重合開始剤とからなる光重合性組成物において、光重合開始剤として下記構造式〔1〕もしくは〔1'〕で表される光重合開始剤を使用することを特徴とする光重合性組成物。



構造式〔1〕、〔1'〕中、R₁、R₂、R₃、R₄、R₅、R₆は直鎖状または分岐状のアルキル基であり、R₁とR₂、R₃とR₄の両

組、またはそのいずれか1組が相互に結合して環を形成してもよい。

Zは置換または未置換の芳香族基もしくは構造式〔2〕で示されるものである。又、Yは直鎖状または分岐状アルキレン基である。

構造式〔2〕中、 A_{r_1} 、 A_{r_2} は、置換または未置換の芳香族基であり、Tは、直鎖状または分歧状のアルキレン基、カルボニル基、酸素原子もしくは硫黄原子である。

3 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は光重合性組成物に関する。

更に詳細には、アクリル系光重合性組成物に関する。

【従来の技術】

アクリル系モノマーと光重合開始剤とからなる光重合性組成物は公知であり、このアクリル系光重合性組成物に光を照射し、重合させたアクリル

系粘弹性製品は、例えば、アクリル系粘着剤、アクリル系粘着テープ、アクリル系粘着シート、両面粘着テープ、感熱接着シート、シーリング材、発泡体類の粘着加工製品等として使用され、良く知られている。

このアクリル系粘弹性製品は、アクリル系ポリマーを主成分としているため、耐光性、耐候性、耐油性等に優れている。このアクリル系粘弹性製品をプラスチックフィルムや、紙等を基材表面に設けたアクリル系粘着テープやフィルムは、粘着力、凝集力等の粘着性能、および耐熱性、耐候性等の耐老化性に優れている。従って、これらの製品は広く使用されている。

これらのアクリル系粘弹性製品の代表的な製品であるアクリル系粘着テープを例にとり、詳細に説明すると、この粘着テープは、一般に、アルキルアクリレートおよび／又はアルキルメタクリレート等のアクリル系モノマーを主成分とするビニル系モノマーを有機溶剤中で溶液重合して得られる粘着剤溶液を、基材に塗布または含浸し、これ

火災等の危険を防止する安全保持のために、大規模な溶剤回収装置を必要とするという問題がある。

又、エマルジョンを用いる方法では、水を蒸発させるために、有機溶剤を用いる場合より更に大きなエネルギーを必要とし、又、性能面でも、エマルジョンをつくるときに混入する乳化剤により、耐水性が低下するという問題がある。更に、このエマルジョンを用いる方法は、水溶性モノマーが使用できないという問題もある。

光重合性組成物を使用する方法は、有機溶剤や水を使用することなく、粘着テープを製造するため、前記した有機溶剤や水を使用する問題点は解消され、性能の良いアクリル系粘着剤が製造できる。しかし、この方法では、重合反応が遅いため、実用化するには生産性が悪いという問題がある。

一般に、アクリル系モノマー等のビニル系モノマーの光重合反応の重合速度は、光重合開始剤と光強度の積の平方根に比例する。そこで、発明者等が、生産性を高めるために、光重合開始剤の添加量を増加したり、光強度を高くして、重合反応

を加熱乾燥して製造していた。

又、別の方法として、このビニル系モノマーを水中に乳化剤と共に入れ、これらビニルモノマーを乳化した後、重合して得られるエマルジョンを、基材に塗布又は含浸し、これを加熱乾燥して製造している。

最近、アクリル系モノマーを主成分とするビニル系モノマーにベンゾインメチルエーテルのような光重合開始剤を含有させた光重合性組成物が、米国特許第4,181,752号明細書で提案された。この米国特許では、この光重合性組成物層を基材上に設け、この光重合性組成物に波長300～400nmの紫外線を0.1～7mW/cm²の光強度で照射して、重合させ、アクリル粘着テープを製造する方法が開示されている。

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記ビニル系モノマーを有機溶剤中で重合させる方法は、粘着剤溶液を高温で乾燥するため、多くのエネルギーを必要とし、しかも、有機溶剤による大気汚染を防止するためと、爆発や

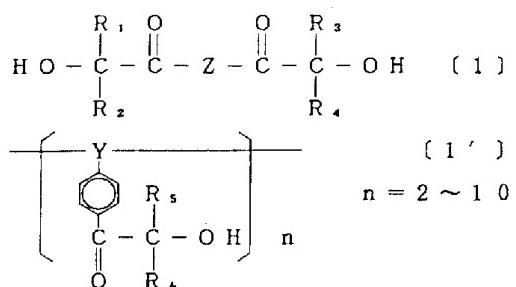
速度を速くしようとしたところ、得られる重合体の分子量が低下し、粘着テープの粘着力と凝集力とのバランスを高水準に保持することができず、良好な粘着テープが製造できなかった。

粘着テープ以外のアクリル系粘弹性製品も重合速度を速くすると、同様に劣悪な製品しか製造できなかった。

そこで、本発明は、重合速度を速くしても、重合体の分子量の低下を招かない性能のよいアクリル系光重合性組成物を提案することを目的とする。

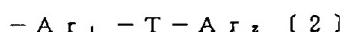
【課題を解決するための手段】

本発明は、上記問題を解決し、上記目的を達成するためになしたものであって、アクリル系モノマーを主成分とするビニル系モノマーと光重合開始剤とからなる光重合性組成物において、光重合開始剤として下記構造式(1)もしくは(1')で表される光重合開始材を使用するのである。



構造式〔1〕、〔1'〕中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 は直鎖状または分岐状のアルキル基であり、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 の両組、または、そのいずれかの1組が相互に結合して環を形成してもよい。

Z は置換または未置換の芳香族もしくは構造式〔2〕で示されるものである。又、 Y は直鎖状または分岐状のアルキレン基である。



構造式〔2〕中、 A_{r_1} 、 A_{r_2} は、置換または未置換の芳香族基であり、 T は、直鎖状または分岐状のアルキレン基、カルボニル基、酸素

原子もしくは硫黄原子である。

本発明において、アクリル系モノマーとは、アルキルアクリレートと、アルキルメタクリレートとを総称するものである。本発明においては、これらすべてのアクリル系モノマーが使用できるが、炭素数1～14のアルキル基が結合したアクリル系モノマーが好適に使用される。更に好適な範囲は、炭素数が4～12のアルキル基が結合したアクリル系モノマーである。

これらのアクリル系モノマーの例を挙げると、n-ブチルアクリレート、n-ブチルメタクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、イソオクチルアクリレート、イソオクチルメタクリレート、イソノニルアクリレート、イソノニルメタクリレート等がある。

本発明においては、これらのアクリル系モノマーを単独または2種以上組み合わせて用いる。

本発明におけるアクリル系モノマーを主成分と

するビニル系モノマーとは、上記アクリル系モノマーのみでも良いし、このアクリル系モノマーと共に重合可能なビニル系モノマーを混合したものでも良いことを意味する。この混合比率はアクリル系モノマー60～100重量部とビニル系モノマー0～40重量部が好適な範囲である。

かかるアクリル系モノマーと共に重合可能なビニル系モノマーの好適なものとして、アクリル酸、メタクリル酸、アクリルアミド、メタクリルアミド、アクリロニトリル、メタアクリロニトリル、N-置換アクリルアミド、ヒドロキシエチルアクリレート、N-ビニルビロリドン、マレイン酸、イタコン酸、N-メチロールアクリルアミド、ヒドロキシエチルメタクリレート等を挙げられる。

粘着剤を製造するときには、粘着性と凝集性とのバランス等から、ガラス転移点の低いポリマーがよく、上記モノマーを適宜選択して使用する。

即ち、アクリル系モノマーのホモポリマーの場合には、ガラス転移点が-50℃以下のものを使用するとよい。又、コポリマーの場合には、この

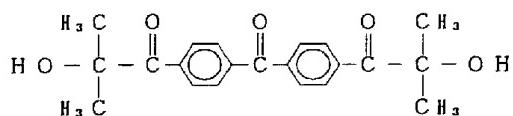
アクリル系モノマーと低級アルキル系モノマーや共重合可能なビニル系モノマーとの共重合体がよい。

かかるガラス転移点の低い重合体を形成するアクリル系モノマーと共に重合可能なビニル系モノマーの好適なものとして、テトラヒドロフルフリルアクリレート、ポリエチレングリコールアクリレート、ポリプロピレングリコールアクリレート、ブタノアクリレート、シリコアクリレート等のビニル系モノマーを挙げることができる。

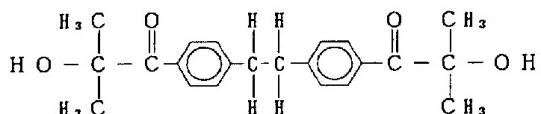
本発明において構造式〔1〕もしくは〔1'〕で示される光重合開始剤は、1分子中に光による開裂点を2ヶ所以上有する。従って、光を照射すると、2ヶ所以上の開裂点から重合が開始されるから、重合速度が速くなり、しかも、この光重合開始剤が橋掛けられて高分子の粘弹性製品が生成する。その結果、諸物性に優れたアクリル系粘弹性製品の高速生産を可能とする。

かかる光による開裂点を2ヶ所以上有する重合開始剤の例としては、

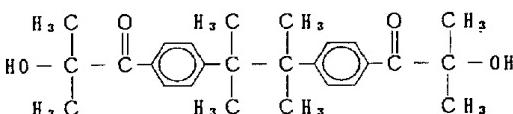
4・4' - ビス(α-ヒドロキシ-2-イソブチリル)ベンゾフェノン



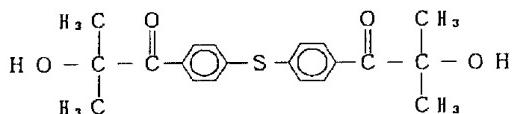
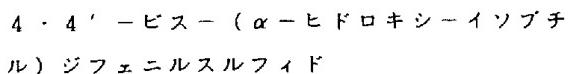
1・2-ビス(4-(2-ヒドロキシ-2-メチル-プロパンオイル)-フェニル)-エタン



2・3-ビス(4-(2-ヒドロキシ-2-メチル-
プロパノイル)-フェニル)-2・3-ジメチル-
ブタン



3. 4-ビス(4-(2-ヒドロキシ-2-メチル-ブロバノイル)-フェニル)-3・4-ジメチル-ヘキサン

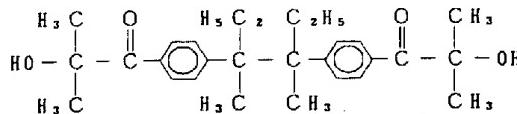


等を挙げることができる。

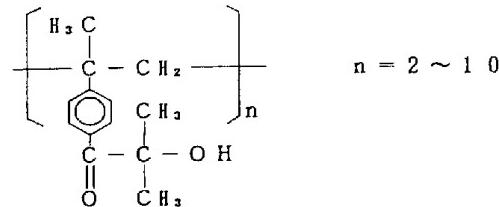
更に、本発明では、これらの開裂点を2ヶ所以上有する光重合開始剤〔1〕もしくは〔1'〕は、単独で使用してもよいが、従来、光重合開始剤として使用されている開発裂点を1ヶ所有する単官能光重合開始剤を混合して使用してもよい。この単官能光重合開始剤の混合割合は約20重量%以内が好適である。

構造式〔1〕もしくは〔1'〕で示される光重合開始剤を単独で使用した場合には、光強度を低くし過ぎると、光重合性組成物の組成によってはゲル化が起こり、粘着力が低下することがある。

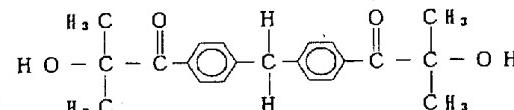
このような場合には、单官能光重合開始剤を併用すると、ゲル化を抑えることができる。又、こ



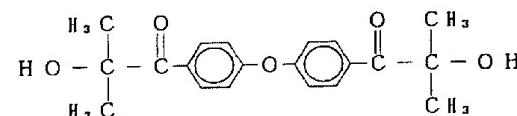
ボリ [4 - (α-ヒドロキシイソブチリル)
- α-メチルスチレン]



1・1-ビス(4-(2-ヒドロキシ-2-メチル-ブロバノイル)-フェニル)-メタン



4 · 4' - ビス - (α - ヒドロキシ - イソブチル) - ジフェニルオキシド



これら単官能光重合開始剤を併用すると、開裂点を2ヶ所以上有する光重合開始剤の濃度を低くしても高速の重合を達成できるという長所もある。

かかる单官能重合開始剤としては、4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-ブロビル)ケトン: [メルク社製ダロキュア-2959]、 α -ヒドロキシ- α -ジメチル-アセトフェノン: [メルク社製ダロキュア-1173]、メトキシアセトフェノン、2-2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン等のアセトフェノン系やベンゾインエチル-エーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル等のベンゾインエーテル系やベンジルジメチルケタール等のケタール系等を挙げることができる。更に、その他に、ハロゲン化ケトン、アシルホスフィノキシド、アシルホスフォナート等を挙げることができます。

本発明光重合性組成物においてアクリル系モノマーを主成分とするビニル系モノマーと光重合開始剤との混合割合は適宜でよいが、構造式〔1〕

もしくは〔1'〕で表される光重合開始剤を主成分とする光重合開始剤を、前記モノマー成分10重量部に対して0.001~5重量部の割合で混合したときが最も良好な結果が得られる。

即ち、この光重合開始剤の量が0.001重量部未満であると、光重合開始剤が光エネルギーにより重合初期に消費されるために、未反応モノマーが残存し易く、モノマーの臭いが残るだけでなく、凝集力が低下する。逆に、5重量部を越えると、重合反応速度は速くなるが、光重合開始剤の分解臭が激しくなり、又、分子量のばらつきが大きくなり、粘着性能も低下する。

本発明光重合性組成物を重合する場合、粘着特性から、光重合による重合体の重量平均分子量は約30~100万に調節するのが好ましく、更に、好ましい範囲は約50~100万である。

従って、この目標とする重合体の分子量に応じて、光重合開始剤の種類、量や光の強度を調節して、上記範囲内になるようにする。

更に、本発明においては、耐熱性や高温での凝

集力等を向上させるために、光架橋剤を含有させることがある。

かかる光架橋剤としては、ヘキサンジオールジアクリレート、ヘキサンジオールジメタクリレート、エチレングリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレート、プロピレングリコールジメタクリレート、ポリプロピレングリコールジアクリレート、プロピレングリコールジメタクリレート、ポリプロピレングリコールジメタクリレート、ネオベンチルグリコールジアクリレート、ネオベンチルグリコールジメタクリレート、ベンタエリスリトールジアクリレート、ベンタエリスリトルジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、ベンタエリスリトルトリメタクリレート、ジベンタエリスリトルヘキサクリレート、ジベンタエリスリトルヘキサメタクリレート等

を挙げることができる。更に、その他に、エボキシアクリレート、ポリエステルアクリレート、ウレタンアクリレート等を挙げることができる。

かかる光架橋剤の好ましい添加量は前記モノマー成分100重量部に対して、5重量部以下である。この光架橋剤を添加することにより光重合反応の過程で重合体分子間に架橋結合が生じ、粘着剤の耐熱性が向上する。粘着テープの場合には、高温での凝集力が増加し、高温での保持力が向上する。

本発明においては、その他に、増粘剤やチキソトローブ剤、增量材や充填材等、粘着剤等に通常用いられる添加剤を配合してもよい。

増粘剤としては、アクリルゴム、エピクロルヒドリンゴムなどが用いられる。

又、增量材としては、炭酸カルシウム、酸化チタン、クレー等が用いられる。

又、充填材としては、ガラスバルン、アルミナバルン、セラミックバルン等の無機中空体、ナイロンビーズ、アクリルビーズ、シリコンビーズ等

の有機球状体、塩化ビニリデンバルン、アクリルバルン等の有機中空体、ポリエステル、レーヨン、ナイロン等の単繊維等がある。

本発明光重合性組成物を光重合したものは、アクリル系粘着剤、アクリル系粘着テープ、アクリル系粘着シート、両面粘着テープ、感熱接着シート、建築用や自動車用等のシーリング材、防振材中間膜等種々の粘弹性製品の製造に使用される。

本発明の光重合性組成物を用いて粘弹性製品を製造するには、通常、この組成物中に溶存する酸素を除去し、光重合性組成物の中の溶存酸素濃度を1ppm以下にした後、この光重合性組成物に光を照射して重合する。

この光重合性組成物の中に溶存する酸素を除去するには、光重合性組成物に窒素ガス等の不活性ガスを吹き込むか、あるいは、フェニルジイソデシルホスファイト、トリイソデシルホスファイト、オクタン酸第一錫等の酸素除去効果のある化合物を添加する。この酸素除去効果のある化合物の添加により、雰囲気酸素濃度がある程度高くても充

分な重合（硬化）が実現できる。

粘着テープを製造する場合には、光重合性組成物を剥離紙、剥離型枠等の上に塗布または注入し、光を照射して光重合し、剥離紙や剥離型枠から剥離すると、基材のない両面粘着テープが製造できる。又、プラスチックフィルム、紙、セロファン、布、不織布、金属箔等の基材に塗布または含浸し、これに光を照射して光重合すると、基材の表面に粘着材層が設けられた粘着シートが得られる。

又、シーリング材を製造する場合には、内面が剥離性のよい細長い型に光重合性組成物を注入して、これに光を照射して重合させ、その後、型から重合体を取り出すと、シーリング材ができあがる。

光重合性組成物を型枠や基材等に塗布、含浸または注入する際に、作業が円滑に行われるよう、光重合性組成物に增量材やチキソトローブ剤を加えて増粘することが好ましい。又、上記のように增量材やチキソトローブ剤を添加する以外に、光重合性組成物を増粘する方法としては、この光重

が好ましい。

本発明では光で重合する組成物であるが、この時使用する光とは、可視光線、紫外線、電子線等の電磁波を使用する。通常、紫外線が使用される。

光重合室は、上面が光を透過する材料で作られている。例えば、照射する光が紫外線であれば、石英ガラス、バイレックスガラス、硼酸ガラス等の紫外線の透過する材質で作られ、そして、この光重合室の上面から、この紫外線透過する材質を通して紫外線が照射される。

この紫外線を輻射する紫外線ランプとしては、通常、波長300～400nmの領域にスペクトル分布を持つものが用いられる。

かかる紫外線ランプとしては、ケミカルランプ、ブラックライトランプ（東芝電材舗の商品名）、低圧水銀ランプ、高圧水銀ランプ、超高圧水銀ランプ、メタルハライドランプ、マイクロウエーブ励起水銀ランプ等がある。前二者のランプは、比較的低い光強度を照射するときに用いられ、後五者のランプは、比較的高い光強度を照射するとき

合性組成物に紫外線を少量照射して、予め、モノマー成分を一部重合させる方法がある。

この塗布、含浸または注入する作業は、光重合性組成物の中の溶存酸素濃度が大とならないように、空気（酸素）と接触しないように工夫された装置が用いられる。

型枠や基材等に塗布、含浸あるいは注入後に、光重合性組成物は光重合室内に移され、ここで、この光重合性組成物に光を照射して、重合させる。

普通、この光重合室は不活性ガスを導入して、雰囲気酸素濃度を減少させ、光重合中に光重合性組成物の中の溶存酸素濃度が増加させないようにしている。又、不活性ガスを導入する以外の方法として、予め、溶存酸素濃度を減少させた光重合性組成物の表面にポリエステルフィルム等の酸素透過性の少ないフィルムで覆って、光重合室を通過させる方法もある。このようにすると、雰囲気酸素濃度を減少させた光重合室内でなくとも、酸素が光重合性組成物の中に溶解しない。この場合には、酸素除去効果のある化合物を添加しておく

に用いられる。

光強度は、被照射体までの距離や電圧を調整して、一般に被照射体面で5～300mW/cm²程度とし、照射時間は0.3～5分程度とするのが好ましい。

紫外線等の光の照射により、アクリル系モノマーを主成分とするモノマー成分が重合し、粘弹性製品が得られる。上記の光強度、照射時間で、通常、残存モノマーが0.5重量%以下の製品となる。この程度の残存モノマーでは通常粘弹性製品の性能に悪影響を及ぼさない。

尚、光の照射は、重合期間中、一定の光強度で行ってもよいが、2段階以上に分けてそれぞれ光強度を変えて照射することもできる。このように、2段階以上に分けて重合することにより、粘弹性製品の物性を更に精密に調整することができる。

【作用】

本発明は、アクリル系モノマーを主成分とするモノマー成分に、1分子中に光による開裂点を2ヶ所以上有する特定の光重合開始剤を含有させた

光重合性組成物である。このような特定の光重合開始剤を含有する光重合製組成物に光を照射すると、この光重合開始剤が開裂してラジカルが生じ、上記モノマー成分が速やかに重合し、残存モノマー量が極めて少ない高分子量の粘弹性製品が生成する。

このようにして得られる粘弹性製品の高分子化する機構は必ずしも明らかでないが、光重合開始剤として1分子中に光による開裂点が2ヶ所以上ある化合物を用いると、開裂により多官能のラジカルが生じる。そして、この多官能のラジカルを始点としてポリマー分子が成長して行き、ラジカルがある程度のところで再結合して高分子化されるが、開始点から反応停止点までの生成ポリマーの長さが、光強度が大であったり、光重合開始剤が多かったりして、従来の単官能光開始剤の場合と同じように短くなってしまっても、各ポリマー分子は多官能のラジカルになる開始剤を起点として二方面あるいは三方向に伸びていくため、全体としてポリマーが高分子量になると推定される。

器を有するガスクロマトグラフ（GC-6A、島津製作所製）を用いて測定した。

尚、測定用試料は、粘着剤試料100mgを5ccの酢酸メチルに溶解した溶液から2ccを採取し、この溶液2ccと2-エチルヘキシルメタクリレートを酢酸メチルに溶解した内部標準液2ccとを混合して調整した。

(3) ゲル分率・膨潤度

粘着剤試料100mgをテトラヒドロフランに溶解し、24時間放置したもの200メッシュのステンレスフィルターでろ過する。

ろ過された膨潤ゲルの重量と、膨潤ゲルを100℃で2時間乾燥した乾燥ゲルの重量を測定することによって求めた。

(4) 粘着力

両面粘着テープの片面に厚さ25μmのポリエスチルフィルムに貼り付けて巾25mm、長さ300mmの粘着テープとし、これを#280番の紙ヤスリで研磨されたスチール板に、テープの一端から長さ100～120mm部分を置き、その

【実施例】

以下、本発明について、実施例および比較例を挙げて具体的に説明するが、本発明は、これら実施例のみに限定されるものではない。

(物性の測定)

実施例および比較例で得られた両面粘着テープについて、次の測定方法により、粘着剤の重量平均分子量（光架橋剤を添加しない場合についてのみ測定）、残存モノマー量、ゲル分率・膨潤度、粘着力、保持力を測定した。

(1) 重量平均分子量

テトラヒドロフランに溶解し、24時間放置したものから不溶を除いて得た試料溶液を、ゲル透過クロマトグラフィー（G P C）により、標準ポリスチレンを基準として、屈折率検出計を用いて測定した。

(2) 残存モノマー量

ポリエチレングリコール（ガスクロ工業社製商品名20M）を担持したchromosorb W を酸処理した分離カラム、および、水素炎イオン化検出

上を2kgのローラーで一往復させて貼り付け、23℃、65%RHの条件で、このテープの他端をインストロン引張試験機で300mm/分の速度で180度角の反対方向に剥離し、そのときの剥離抵抗を測定し、粘着力（g/mm巾）とした。

(5) 保持力

両面粘着テープの片面に厚さ100μmのアルミニウム箔を貼り付けて巾25mmの粘着テープとし、これを#280番の紙ヤスリで研磨されたスチール板に、テープの一端部を接着面積が巾25mm、長さ25mmとなるように置き、その上を2kgのローラーで一往復させて貼り付け、このテープの他端に1kgの錘を固定し、これを100℃の雰囲気で吊るし、テープとともに錘が落下するまでの時間を測定して、保持力（時間）とした。

尚、この保持力は、通常、40℃で測定されるが、この測定では100℃の過酷な条件で測定を行い、測定時間を短縮して測定した。又、最大150時間で測定を打ち切った。

(実施例1)

2-エチルヘキシルアクリレート97重量%およびアクリル酸3重量%からなるモノマー成分100重量部に、4・4'-(α -ヒドロキシ-1-イソブチリル)-ベンゾフェノン；メルク社試作品（なお、この化合物をこれよりP1と略記する）1.0重量部を添加し、攪拌機で攪拌して均一に混合した光重合性組成物を製造した。

得られた光重合性組成物に窒素ガスを吹き込み、溶存酸素を除去してから、剥離剤で処理した透明ポリエステルフィルム上に置いたナイロン不織布に含浸させ、その平面を上記と同じフィルムでカバーし、これをアプリケーターの絞りロールに通して均一な厚みの積層体を作成した。

この積層体に超高圧水銀ランプから輻射される光強度25mW/cm²（中心の波長365nm）の光を照射して、膜厚220μmの両面粘着テープを製造した。

この両面粘着テープの粘着剤は、99.7%のモノマーが重合し、実質的に重合完結状態となっ

均分子量は14万と小さく、凝集力（保持力）のないものであった。

(実施例2～5)

2-エチルヘキシルアクリレート97重量部およびアクリル酸3重量部からなるモノマー成分100重量部に、光重合開始剤（P1）1.0重量部を添加し、更に、光架橋剤としてヘキサンジオールジアクリレートをそれぞれ0（添加せず）、0.05、0.10、0.20重量部加え、均一に攪拌して液状シロップ状の光重合性組成物を作成した。

この光重合性組成物を用いて、実施例1と同様の方法により、両面粘着テープを作成した。

このときのランプの光強度は25mW/cm²で照射時間は1.5分であった。

その結果を第1表に示す。

第1表から明らかなように、本発明によれば、高速反応においても保持力の優れたポリマーが得られ、又、光架橋剤を配合することにより、更に優れた粘着物性を発現することができる。

た。このときに要した時間は1.5分であった。

得られたポリマーのゲル分率は22%、ゲルを除いたポリマーの膨潤度は4.5、重量平均分子量は33万であった。

(比較例1)

光重合開始剤として単官能のダロキュアー1173（ α -ヒドロキシ- α 、 α' -ジメチルアセトフェノン；メルク社製）を用い、その量を0.4重量部とした以外は、実施例1と同様な方法で両面粘着テープを作成したところ、重合完結に要した時間は1.5分となり、実施例と同様であったが、得られたポリマーの重量平均分子量は18万しかなく、凝集力（保持力）の小さなものであった。

(比較例2)

ダロキュアー1173の配合量を0.8重量部とした以外は、比較例1と同様な方法で両面粘着テープを作成した。

重合完結に要した時間は0.7分となり、実施例より速くなつたが、得られたポリマーの重量平

(比較例3～6)

光重合開始剤として、ダロキュアー1173を0.4重量部添加し、又、光架橋剤としてヘキサンジオールジアクリレートをそれぞれ0（添加せず）、0.10、0.20、0.40重量部を添加し、光強度を25mW/cm²で、照射時間を1.5分とした以外は、実施例2～5と同様な方法で両面粘着テープを作成した。

このようにして作成した両面粘着テープの物性を評価し、その結果を第1表に示す。

比較例3～6の場合、主鎖高分子の分子量が小さいため、非架橋状態では粘着力は高いものの保持力が小さく、逆に、架橋状態では、粘着力が低く、しかも、界面破壊が起こりやすいため、保持力も低くなつた。

第 1 表

| | 光重合性組成物の組成(重量部) | | | | | 光照射条件 | | 粘着テープの物性 | | |
|-----|---------------------|-------|--------|---------------|---------------------|------------------------------|-------------|-----------------|-------------|---------------------|
| | モノマー成分 | | 光重合開始剤 | | 光架橋剤 | 光強度 (mW/cm ²) | 照射時間 (分) | 粘着力 (g/25mm) | 保持力 (時間) | 残存 モノマー (重量%) |
| | 2-エチルヘキシル アクリレート | アクリル酸 | P 1 | ダロキュア 1173 | ヘキサンジオール ジアクリレート | | | | | |
| 実施例 | 2 97 | 3 | 1. 0 | -- | 0 | 25 | 1. 5 | 1100 | 1 | 0. 28 |
| | 3 97 | 3 | 1. 0 | -- | 0. 05 | 25 | 1. 5 | 1050 | 20 | 0. 25 |
| | 4 97 | 3 | 1. 0 | -- | 0. 10 | 25 | 1. 5 | 1000 | 150 | 0. 30 |
| | 5 97 | 3 | 1. 0 | -- | 0. 20 | 25 | 1. 5 | 900 | 80 | 0. 29 |
| 比較例 | 3 97 | 3 | -- | 0. 4 | 0 | 25 | 1. 5 | 1500 | 0. 1 | 0. 30 |
| | 4 97 | 3 | -- | 0. 4 | 0. 10 | 25 | 1. 5 | 1200 | 0. 2 | 0. 29 |
| | 5 97 | 3 | -- | 0. 4 | 0. 20 | 25 | 1. 5 | 600 | 1 | 0. 31 |
| | 6 97 | 3 | -- | 0. 4 | 0. 40 | 25 | 1. 5 | 400 | 0. 3 | 0. 34 |

【発明の効果】

本発明光重合性組成物は、アクリレート系モノマーを主成分するビニル系モノマーからなるから、これを光重合すると、耐光性、耐候性、耐油性、等に優れた粘弾性製品であり、又、これを粘着テープとした粘弾性製品は粘着力、凝集力等の粘着性能、耐熱性、耐候性に優れた製品となり極めて有用である。

又、本発明光重合性組成物は、1分子中に光による開裂点が2ヶ所以上ある光重合開始剤を含有するから、この組成物に光を照射すると、高速の反応条件でも、高い分子量の重合体がし生成するため、生産性のよい、しかも、粘着保持力の優れ、且つ、応力分散性、追従性、可撓性等の優れた粘弾性製品を製造することができ、極めて有用である。

又、本発明を、例えば、粘着テープの生産に応用すると、従来法のような溶剤や乾燥エネルギー、溶剤回収装置を必要としないため、省資源、省エネルギーの簡略プロセスによって、低コストでの

生産が可能となる。

又、本発明光重合性組成物は、乳化剤を使用しないから、耐水性のよい粘弾性製品を製造することができる。

特許出願人

積水化学工業株式会社

代表者 廣田 韶

PAT-NO: JP404011610A
**DOCUMENT-
IDENTIFIER:** JP 04011610 A
TITLE: PHOTOPOLYMERIZABLE
COMPOSITION
PUBN-DATE: January 16, 1992

INVENTOR-INFORMATION:

| NAME | COUNTRY |
|------------------|----------------|
| UEDA, TSUNEHISA | |
| NAKASU, YOSHIAKI | |

ASSIGNEE-INFORMATION:

| NAME | COUNTRY |
|---------------------|----------------|
| SEKISUI CHEM CO LTD | N/A |

APPL-NO: JP02113034

APPL-DATE: April 27, 1990

INT-CL (IPC): C08F020/18 , C08F002/50

US-CL-CURRENT: 522/41

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain the title composition which can give a high-molecular weight polymer even at an increased rate of polymerization by compounding a vinyl monomer based on an acrylic monomer and a specified photopolymerization initiator.

CONSTITUTION: The title composition comprises a vinyl monomer based on an acrylic monomer (e.g. 2-ethylhexyl acrylate or acrylic acid) and a photopolymerization initiator of formula I or II, wherein R1 to R6 are each alkyl, R1 and R2 or R3 and R4 may be combined together to form a ring; Z is a (substituted) aromatic group, -Ar1-T-Ar2- (wherein Ar1 and Ar2 are each a (substituted) aromatic group; T is alkylene, carbonyl, O or S); Y is alkylene; and n is 2-10.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio